

论著

包装食品可利用碳水化合物和能量分析误差研究

何梅¹ 边立华¹ 王辛² 于波³ 梁晓聪² 杨月欣¹

(1. 中国疾病预防控制中心营养与食品安全所,北京 100050;2. 陕西省疾病预防控制中心, 陕西 西安 710054;3. 哈尔滨市疾病预防控制中心,黑龙江 哈尔滨 150000)

摘要:目的 研究我国实验室对包装食品中可利用碳水化合物和能量检测分析的误差。方法 根据 2000 年全国包装食品消费的调查结果,选择 7 类(谷物、豆类、肉类、奶制品类、饮料类、坚果、休闲食品)15 种包装食品,在全国 7 家实验室进行蛋白质、脂肪、水分、灰分和膳食纤维的检测,并计算各食物的可利用碳水化合物和能量,检测方法均为国家标准方法,实验室间检测精密度按照 GB/T 6379—2004《测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》进行分析。结果 所有食物蛋白质、脂肪的分析结果筛查合格率分别为 89.7%和 93.4%。可利用碳水化合物和能量的实验室间检测精密度分别为 0.53%~29.06%(除碳水化合物含量极低的酱牛肉和鱼罐头外)和 0.66%~17.30%。结论 7 个实验室对可利用碳水化合物和能量的检测符合国家标准的要求,分析误差小于检测值的 20%。

关键词:食品;碳水化合物;能量摄取;食品分析;选择偏倚

Laboratory Analytical Variety for Available Carbohydrate and Energy in Prepackaged Foods

HE Mei, BIAN Li-hua, WANG Xin, YU Bo, LIANG Xiao-cong, YANG Yue-xin
(National Institute for Nutrition and Food Safety, Chinese CDC, Beijing 100050, China)

Abstract: Objective To observe the analytical error of carbohydrate and energy of prepackaged foods come from different labs of China. **Methods** Fifteen foods out of seven kinds (cereal products, bean products, meat products, dairy products, beverages, nuts and snacks) were selected as food samples, according to national prepackaged foods consumption survey results in 2000. The protein, fat, moisture, ash and dietary fiber of these samples were analyzed by national standard methods in seven labs

氟虫腈降解的主要因素不是水解。由于在酸菜发酵过程中乳酸菌和酵母菌大量繁殖,推测乳酸菌和酵母菌对氟虫腈具有降解作用。

[致谢 拜耳作物科学(中国)的郭井泉博士和张丽提供氟虫腈及其代谢物的标准品。]

参考文献

[1] 柏再苏. 锐劲特及其代谢和光降解产物的毒性综述[J]. 现代农药, 2003, 2:1-3.

[2] SOLIMAN K M. Changes in concentration of pesticides in potatoes during washing and home preparation[J]. Food Chem Toxicol, 2001, 39:887-891.

[3] KANG J H, LEE J H, MIN S, et al. Changes of volatile compounds,

lactic acid bacteria, pH, and headspace gases in kimchi, a traditional Korean fermented vegetable product [J]. J Food Sci, 2003, 68: 849-854.

[3] BYRNE SANDRA L, PINKERTON SARAH L. The effect of cooking on chlorpyrifos and 3,5,6-trichloro-2-pyridinol levels in chlorpyrifos-fortified produce for use in refining dietary exposure[J]. J Agric Food Chem, 2004, 25:7567-7573.

[4] 吴永宁. 现代食品安全科学[M]. 北京: 化工出版社, 2003:91-93.

[5] ALAIN BOBE, PIERRE MEALLIER, COOPER JEAN-FRANCOIS, et al. Kinetics and mechanisms of abiotic degradation of fipronil (hydrolysis and photolysis) [J]. J Agric Food Chem, 1998, 46:2834-2839.

[收稿日期:2007-07-16]

中图分类号:R15;TQ453.24;TQ450.263 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2007)06-0495-04

基金项目:达能营养中心膳食营养研究与宣教基金 DIC2004-01;中国营养学会“营养科研基金”2006 年项目。

作者简介:何梅 女 副研究员 博士生

责任作者:杨月欣 女 研究员



of our country, and available carbohydrate and energy were calculated, and inter lab analytical error were calculated according to GB/T 6379—2004 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. **Results** The qualified rates of determination of proteins and fats of food samples were 89.7% and 93.4%, respectively, and the determination results of proteins and fats were up to grade by Grubbs, Cochran and Dixon screening methods. The RSD% of inter labs were from 0.66% to 17.30% for energy, and from 0.53% to 29.06% for available carbohydrate apart from cooked beef and fish can which contained very low available carbohydrate content. **Conclusion** Analysis level of available carbohydrate and energy in seven labs of our country could meet the requirements of national standards. The analytical variety is less than 20% of determination value.

Key word: Food; Carbohydrates; Energy Intake; Food Analysis; Selection Bias

包装食品的碳水化合物和能量含量的标示是食品营养标签中的重要信息,是标签中有关碳水化合物和能量的营养声称和健康声称的依据,也是衡量食品质量是否合格的重要指标。其标示值的真假关系到人们对食品选择的信心和食品对健康的影响。

本研究根据我国市场上包装食品的消费调查结果^[1],选择了7类15种包装食品,在我国的7个省市级的实验室进行宏量营养成分的检测分析,并计算可利用碳水化合物和能量值,评估我国可利用碳水化合物和能量检测的实验室检测误差,为食品标签中碳水化合物和能量标示允许误差的制定提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 检测样品的选择及处理 样品的选择遵循三个原则:摄入频率高;可利用碳水化合物和能量的范围宽;食品的原料基质多样化。

根据2000年进行的全国8个大城市的包装食品消费的调查,确定7类15种包装食品:谷物(米粉、小麦粉、燕麦片)、豆类(黄豆粉)、肉类(午餐肉、酱牛肉、水浸鱼罐头)、奶制品类(全脂奶粉、脱脂奶粉)、饮料类(杏仁露、橙汁)、坚果(花生、核桃仁)、休闲食品(饼干、薯片)。这些样品的可利用碳水化合物含量范围在0~85 g/100 g,能量值在180~2 650 kJ/100 g。

在北京的大型超市采集以上15种包装食品,每种食品采集总量需>1 000 g或1 500 ml。同一种样品要求品牌和批号一致,且在保质期内。

项目组在实验室将所有样品进行分发前的混匀分装处理,肉类样品在-18℃冷冻处理,由于饮料不容易储存,且饮料在生产时容易混匀,因此饮料样品不进行混匀分装,直接与经以上处理后的样品分发到各实验室,进行宏量营养成分的检测,并计算可利用碳水化合物和能量。

1.2 实验室的选择 参加检测的实验室选择要求为:经过省市级以上的计量认证,在全国的地域分布均衡,实验室级别均衡。项目组最终确认了6个疾病预防控制中心的实验室(1个部级、1个省级、1个

直辖市、2个省会市、1个特区市)以及1家直辖市级商业性实验室,分别以A~G表示。7个实验室的地域分布为:东北(1个)、中部(2个)、南部(2个)和西部地区(2个)。

1.3 能量和各宏量营养成分的检测计算 要求各实验室使用现行的国标方法进行检测。各实验室要求对每种食品的蛋白质、脂肪、水分和灰分测定6次,给出平均水平,并记录具体操作过程和实验结果。

膳食纤维的测定在中国疾病预防控制中心营养与食品安全所进行,等效采用AOAC 991.43酶-重量法进行检测。可利用碳水化合物和能量的计算按照GB 13432《中国预包装特殊膳食用食品标签通则》的方法进行计算,由课题组统一进行计算。

1.4 计算公式 可利用碳水化合物和能量的计算公式^[5]:

可利用碳水化合物(g/100 g) = 100 g/100 g - 蛋白质 g/100 g - 脂肪 g/100 g - 水分 g/100 g - 灰分 g/100 g - 膳食纤维 g/100 g

能量(kJ/100 g) = 17 kJ/g ×蛋白质 g/100 g + 37 kJ/g ×脂肪 g/100 g + 17 kJ/g ×可利用碳水化合物 g/100 g

按照以下公式计算检测分析的标准偏差和精密度的^[2]。

标准偏差: $s = \{ [\sum X_i^2 - (\sum X_i)^2 / n] / (n - 1) \}^{1/2}$

精密度以相对标准偏差表示: $RSD \% = (s / \bar{x}) \times 100 \%$

1.5 统计分析 用Excel软件对检测的数据进行统计分析。用均值和标准差表达分析结果。用Grubbs方法、Cochran统计量以及Dixon统计量进行数据的异常值和实验室的筛查判断。

1.6 质量控制 食物样品要严格检查品牌和批号的一致性,并要求在保质期内。为尽量保证各实验室在相同的条件下检测,食品在发放前要进行混匀处理和分装。

参加检测的实验室首先要求所检测的项目通过

省市级以上的计量认证;并且在进行分析时,至少要有室内质控物同时检测以控制分析质量。

实验记录要求包括检测方法的来源、详细的操作步骤、计算公式、测定结果、试剂配制、检测时间等内容。

检测异常值的筛查 应用 Grubbs 方法,对每个实验室的食品样品的蛋白质、脂肪、水分和灰分的6个数据进行异常值的筛查。用 Cochran 统计量对7个实验室检测结果的方差进行筛查,用 Dixon 统计量对实验室检测均值进行筛查^[2]。结果判定标准: $P < 0.01$ 为高度可疑值,应将检测结果从数据库中删除; $0.01 < P < 0.05$ 为可疑值,需要核实实验室的操作过程,以决定检测结果是否留在数据库中参与统计分析。

2 结果

2.1 食品样品成分检测的异常值筛查 应用

Grubbs 方法,对7个实验室的各包装食品检测的数据进行异常值的筛查。结果15种包装食品中,总氮的检测数据全部合格,1个脂肪数据高度异常,予以删除。其它数据进入以下对实验室分析离散性的筛查程序。

用 Cochran 统计量和 Dixon 统计量,对7个实验室15种包装食品样品的检测的方差和均值进行筛查。蛋白质、脂肪的总合格率分别为89.7%和93.4%,高度异常的检测数据不参加后面的统计分析。水分和灰分的数据全部合格。

2.2 各实验室对食品中5种宏量营养成分的测定结果 7个实验室分别就15种样品的蛋白质、脂肪、水分、灰分的含量进行了3次检测,每次做平行样品测试。膳食纤维的数据由国家级的实验室提供平行样的平均检测结果。15种食品的分析结果见表1,其中蛋白质的测定结果以总氮标示。

表1 各样品中5种宏量营养成分的含量

	(g/100 g, $\bar{x} \pm s$)				
	总氮	脂肪	水分	灰分	膳食纤维
雀巢蔬菜米粉	5.87 \pm 0.40	3.26 \pm 0.57	3.16 \pm 0.52	3.59 \pm 0.18	1.40
麦片	12.01 \pm 0.23	9.19 \pm 0.73	7.16 \pm 0.51	1.50 \pm 0.09	9.40
小麦粉	11.54 \pm 0.64	2.01 \pm 0.44	9.67 \pm 0.51	0.85 \pm 0.06	6.40
午餐肉	8.27 \pm 0.45	21.85 \pm 0.77	56.40 \pm 0.99	2.41 \pm 0.14	0.00
酱牛肉	25.49 \pm 0.84	7.39 \pm 0.28	63.47 \pm 0.37	2.96 \pm 0.16	0.00
鱼罐头	22.71 \pm 0.73	1.54 \pm 2.21	74.58 \pm 0.52	1.08 \pm 0.07	0.00
全脂奶粉	19.12 \pm 1.02	21.40 \pm 0.88	2.88 \pm 0.23	4.96 \pm 0.15	0.00
脱脂奶粉	32.72 \pm 0.84	1.11 \pm 0.25	3.62 \pm 0.53	8.21 \pm 0.19	0.00
杏仁露	0.69 \pm 0.06	1.78 \pm 0.23	90.20 \pm 0.24	0.19 \pm 0.07	0.30
橙汁	0.62 \pm 0.04	0.32 \pm 0.37	89.05 \pm 0.28	0.33 \pm 0.09	0.20
黄豆粉	32.58 \pm 2.01	16.66 \pm 2.90	4.67 \pm 0.44	4.34 \pm 0.20	11.10
花生	27.46 \pm 2.24	40.72 \pm 4.00	2.35 \pm 0.20	3.21 \pm 0.10	9.60
核桃仁	15.80 \pm 1.63	58.69 \pm 6.39	3.29 \pm 0.24	2.03 \pm 0.09	10.50
饼干	8.78 \pm 0.44	21.20 \pm 0.59	1.57 \pm 0.42	2.02 \pm 0.12	5.10
薯片	7.85 \pm 0.77	32.81 \pm 1.20	1.73 \pm 0.40	3.57 \pm 0.23	4.60

2.3 食品样品中可利用碳水化合物和能量的分析误差 用1.4中可利用碳水化合物和能量的计算公式,对各实验室检测食品样品的5种宏量营养成分的平均数据进行计算,结果见表2。数据表明,15种包装食品的实验室间检测精密密度为:可利用碳水化合物0.53%~29.06%(除含量极低的酱牛肉和鱼罐头外),能量0.66%~17.30%。

3 讨论

营养标签中对于碳水化合物和能量标示值允许误

差的规定在各国有一定的差异,主要与各国的实验室检测误差以及食品原料的变异有关。美国和加拿大的营养标签法规标准^[3,4]对于食品中碳水化合物和能量的允许误差规定均是单向的,其含量应80%标示值。在我国GB 13432^[5]《中国预包装特殊膳食食用食品标签通则》中,当标示平均值时,规定其含量不得低于标示值的80%。在GB 10771—1989《婴幼儿强化食品、钙强化饼干规定》、GB 10769—1997《婴幼儿断奶期辅助食品》和GB 10770—1997《婴幼儿断奶期补充食品》的相关卫生标准中,对碳水化合物和能

表 2 各样品中可利用碳水化合物和能量的实验室间误差

	可利用碳水化合物(g/100g)		能量(kJ/100 g)	
	$\bar{x} \pm s$	RSD(%)	$\bar{x} \pm s$	RSD(%)
雀巢蔬菜米粉	84.12 ±0.45	0.53	1607 ±19	1.21
麦片	70.14 ±0.53	0.75	1565 ±22	1.42
小麦粉	75.93 ±1.01	1.33	1431 ±14	1.01
午餐肉	11.06 ±1.18	10.64	1146 ±30	2.60
酱牛肉	0.69 ±0.63	91.62	715 ±10	1.47
鱼罐头	0.09 ±0.89	965.56	439 ±76	17.30
全脂奶粉	51.64 ±1.80	3.49	1992 ±18	0.89
脱脂奶粉	54.34 ±1.09	2.00	1498 ±10	0.66
杏仁露	7.13 ±0.32	4.47	192 ±7	3.54
橙汁	9.67 ±0.20	2.07	180 ±11	6.26
黄豆粉	41.75 ±4.09	9.79	1686 ±65	3.84
花生	26.26 ±5.07	19.31	2272 ±85	3.73
核桃仁	20.19 ±5.87	29.06	2636 ±138	5.23
饼干	66.44 ±0.41	0.62	1971 ±18	0.92
薯片	54.04 ±1.22	2.26	2192 ±25	1.15

量允许误差规定为 80% ~ 120%。由此可见,20%标示值是目前认可的碳水化合物和能量允许误差的一般界限。

各实验室对谷类制品氮折算系数的不同选择,一方面在于不同的教科书和文献对于谷类氮折算系数的推荐是不一致的,另一方面也在于实验人员对氮折算系数不能确切地把握。这也是各实验室对可利用碳水化合物和能量检测误差的一个重要来源。因此建议在碳水化合物和能量的相关国家标准中,需要对氮折算系数进行统一和明确的规定。

表 2 反映了 7 个实验室对不同包装食品的可利用碳水化合物和能量检测的室间误差。从结果看,含量非常低的食物如鱼和畜肉类,其碳水化合物分析的室间 RSD 高,其他食品的碳水化合物和能量分析的精密密度均较好。这提示我们,我国实验室能够胜任一般食品标签中碳水化合物和能量的检测,但对于含量非常低的食物进行监测结果不是很统一。美国和加拿大的营养标签相关法规认识到这一问题^[3,4],在对标示值的修约规定中给予了解决,例如:对碳水化合物而言,当其含量 0.5 g/100 g 时直接标为 0,因此监督检查中的检测结果需先进行修约后才能与标示值进行比较。目前我国的营养标签中还没有相关的规定,应根据我国的实际情况进行考虑,以便于今后营养标签的顺利执行。

参考文献

[1] 冯悦红,杨月欣,石磊,等.北京市场常见包装食品营养成分认识的调查[J].中国卫生监督杂志,2002,9(6):332-335.
 [2] GB/T 6379—2004.测量方法与结果的准确度(正确度与精密密度)第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法[S].
 [3] Canadian Food Inspection Agency. Nutrition labelling compliance test. nutrition labelling, nutrient content claims and health claims: CFI compliance test to assess the accuracy of nutrient values[Z]. 2003, Canada.
 [4] MARY M BENDER, JEANNE I RADER, FOSTER D MCCLURE. Guidance for industry, FDA nutrition labeling manual-a guide for developing and using data bases [Z]. 1998 Edition. Office of Nutritional Products, Labeling and Dietary Supplements. And Office of Scientific Analysis and Support. 1998, USA.
 [5] GB 13432—2004.中国预包装特殊膳食食品标签通则[S].

[收稿日期:2006-06-28]

中图分类号:R151.3; R151.44 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2007)06-0498-04

消息

美国严格管理食品添加剂

食品添加剂包括多种维生素、矿物质和中草药,用途广泛。过去在美国食品添加剂是按照食品来管理的,但美国食品药品监督管理局发现,一些食品添加剂使用的标签上没有标明活性成分或标注与实际含量不符。

因此美国食品药品监督管理局最近规定,今后食品添加剂的生产商必须检验并标明产品中的所有成分。

规定涉及质量管理程序、生产地点的设计和建造以及对成分的检验等,适用于生产、包装和标注销往美国市场的食品添加剂的国内外公司,目的为保证产品中维生素含量不会不符合要求或掺入错误成分。

规定从 2007 年 8 月 24 日开始实施,大公司在规定实施的第一年就必须按规定执行,规模较小的公司可在三年内逐渐达到规定的要求。